

## BAB III

### METODELOGI PENELITIAN

#### 3.1 ALAT DAN BAHAN

Pada penelitian ini alat-alat yang digunakan meliputi:

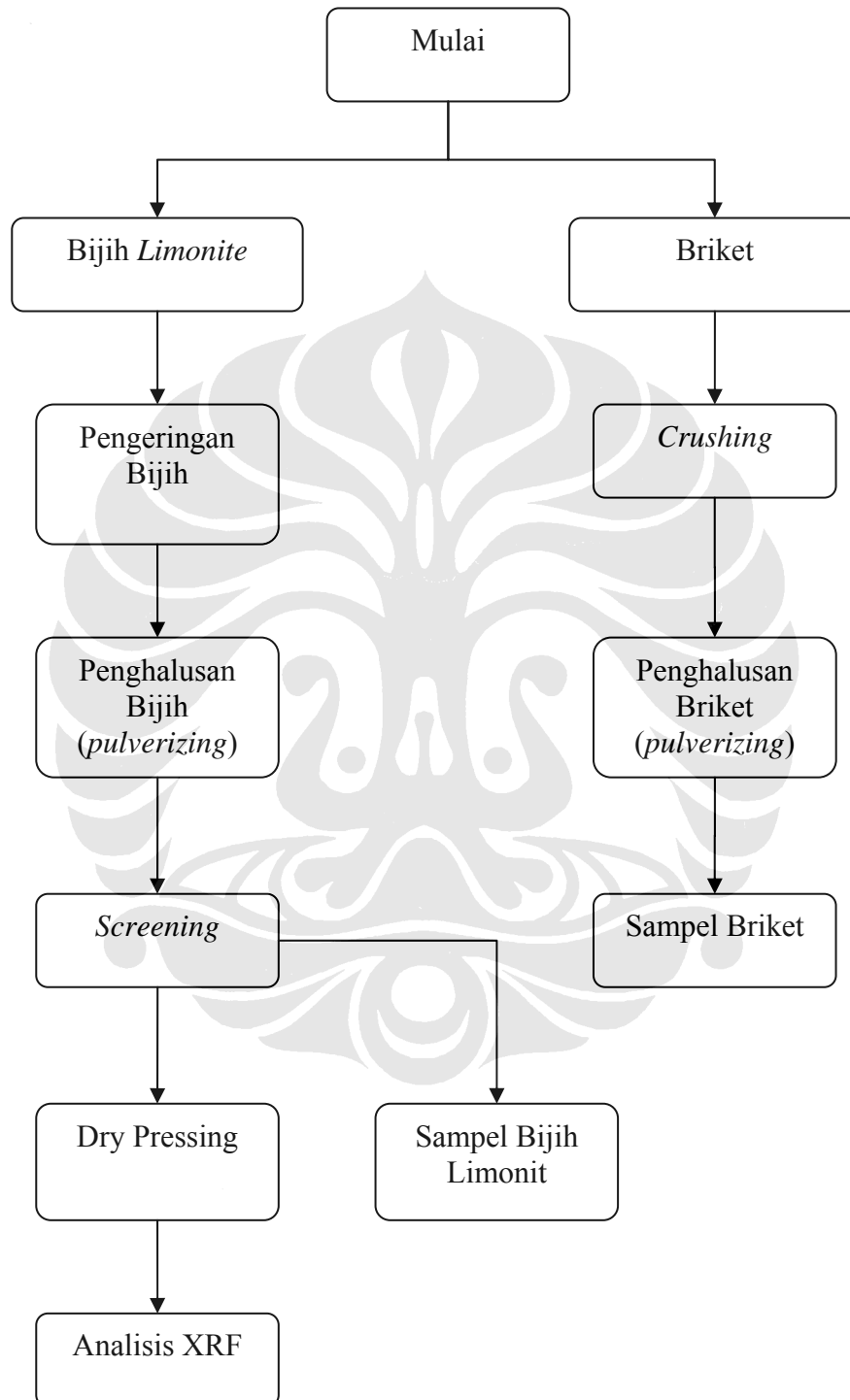
1. Lemari oven.
2. *Pulverizing* (alat penggerus).
3. Spatula/sendok.
4. Timbangan.
5. Kaca arloji
6. Mesin *pressing*
7. *Electric Furnace* (tungku listrik).
8. Cawan persolen besar.
9. Wadah stainless steel.
10. 5 buah *beaker glass* 1 liter.
11. Aerator aquarium.
12. Pengaduk.
13. Corong dan Kertas saring 41.
14. Tabung Erlenmeyer
15. Mesin XRF (*X-Ray Fluorescence*).
16. Mesin XRD (*X-Ray Diffraction*).
17. Mesin AAS. (*Atomic Absorber Spectroscopy*)

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi:

1. Bijih nikel limonit.
2. Briket.
3. Amonium bikarbonat.
4. Aquades.

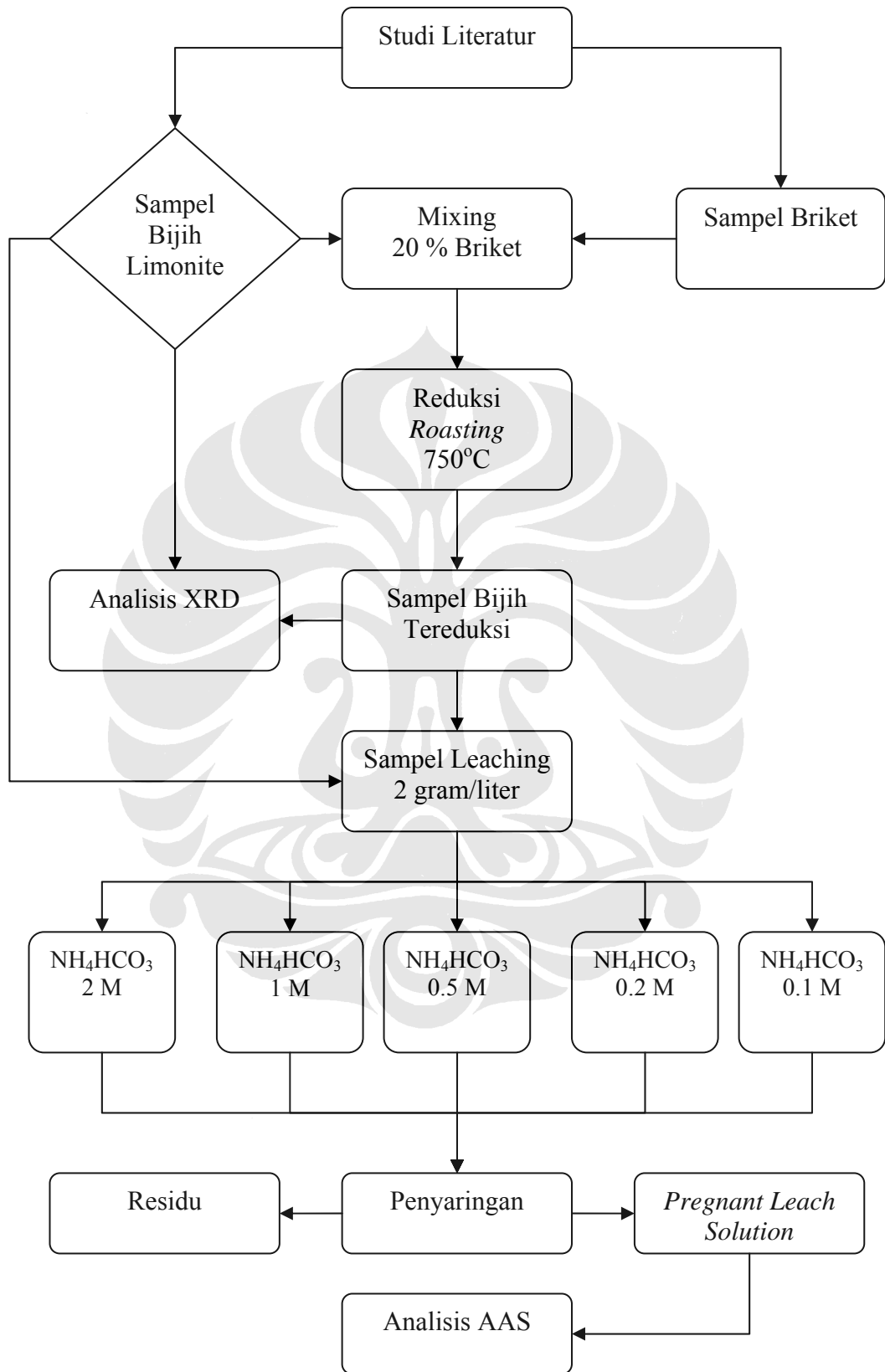
### 3.2 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

#### 3.2.1 Preparasi Bijih Nikel dan Briket



Gambar 3.1 Diagram alir preparasi bijih nikel dan briket

### 3.2.2. Leaching Bijih *Limonite*



Gambar 3.2 Diagram alir leaching bijih limonite

### 3.3 PROSEDUR PERCOBAAN

#### 3.3.1 Preparasi Sampel

##### 3.3.1.1 Bijih Limonite

Pada penelitian ini sampel bijih *limonite* yang digunakan berasal dari Buli - Pulau Halmahera, Maluku Utara, yang ditambang pada kedalaman 8-9 meter dengan kode eksplorasi B3.b9 27/13 -9. 8-9 m oleh tim eksplorasi PT. Antam, Tbk. Bijih *limonite* yang digunakan pada awalnya disimpan dalam kantung plastik dengan berat total 3 kg dan memiliki ukuran butir kurang dari 100 mesh.



3.3. Bijih limonite

Tahapan preparasi sampel dari bijih *limonite* yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari pengeringan, penghalusan bijih dan *screening*.

##### 1. Pengeringan.

Pertama, bijih *limonite* dikeringkan terlebih dahulu didalam oven listrik dengan temperatur 105°C selama 3 jam.



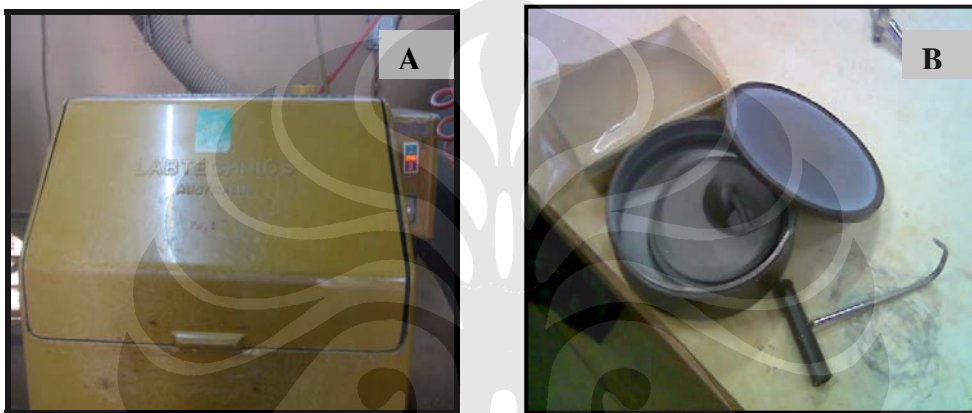
Gambar 3.4 Oven listrik.

Tujuan dari proses ini adalah untuk mengurangi kadar air dalam bijih yang jumlahnya mencapai hingga 35 % wt. Kadar air harus dikurangi terlebih dahulu

agar proses penghalusan bijih menjadi lebih mudah, keberadaan air dalam bijih dapat menyebabkan bijih akan menempel pada *disc mill* sehingga proses penghalusan tidak optimal.

### 2. Penghalusan bijih (*pulverizing*)

Setelah bijih dikeringkan selanjutnya bijih *limonite* dihaluskan dengan menggunakan mesin pulverizer II merek *labatechnics* dengan kecepatan 905 rpm. Mesin pulverizer dijalankan selama 3 menit agar ukuran butir bijih menjadi sekitar kurang dari 200 mesh. Mesin pulverizer dapat dilihat pada Gambar 3.5



Gambar 3.5. Bagian mesin Pulverizer: (a) Mesin keseluruhan (b) *Disc mill*

### 3. Penyaringan (*Screening*)



Gambar 3.6. Proses pengayakan (*Screening*)

Setelah bijih *limonite* selesai dihaluskan oleh mesin pulverizer, bijih kemudian dikeluarkan dari dalam *disc mill* untuk selanjutnya dilakukan proses pengayakan (*screening*) untuk mendapatkan ukuran butir yang diinginkan. Ukuran butir yang diinginkan adalah kurang dari 200 mesh. Pada proses ini digunakan

ayakan dengan ukuran 200 mesh. Butir yang memiliki ukuran lebih kecil sama dengan 200 mesh akan jatuh kebawah dan yang lebih besar dari 200 mesh akan tertinggal pada ayakan.

### 3.3.1.2 Briket

Bahan yang digunakan sebagai sumber karbon dalam penelitian ini adalah briket batu bara. Briket yang digunakan awalnya berbentuk silinder dan berukuran besar. Oleh karena itu harus dihancurkan terlebih dahulu dan dihaluskan sebelum digunakan. Penghancuran briket dilakukan dengan menggunakan mesin *crusher* untuk menghasilkan briket dengan ukuran sekitar 1 cm. Briket ukuran 1 cm tersebut kemudian dihaluskan menggunakan mesin *pulverizer* selama 3 menit agar ukurannya menjadi sekitar 200 mesh.



Gambar 3.7. *Crusher*



Gambar 3.8. Briket batu bara

### 3.3.2 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Bijih Limonite

Bijih yang telah dipreparasi kemudian dianalisis secara kuantitatif dan kualitatif. Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan mesin XRF sedangkan untuk analisis kualitatif menggunakan mesin XRD. Pada analisis XRF, sampel harus dipress terlebih dahulu dengan menggunakan mesin press otomatis,

kemudian sampel yang telah dipress dipanaskan didalam oven listrik pada suhu 105°C selama 5 menit untuk menghilangkan kadar air pada permukaan sampel agar tidak mengganggu proses analisis kuantitatif menggunakan XRF. Hasil yang didapat dari analisis kuantitatif berupa kadar unsur-unsur yang terkandung pada sampel dalam satuan persen.



Gambar 3.9. Bentuk sampel XRF

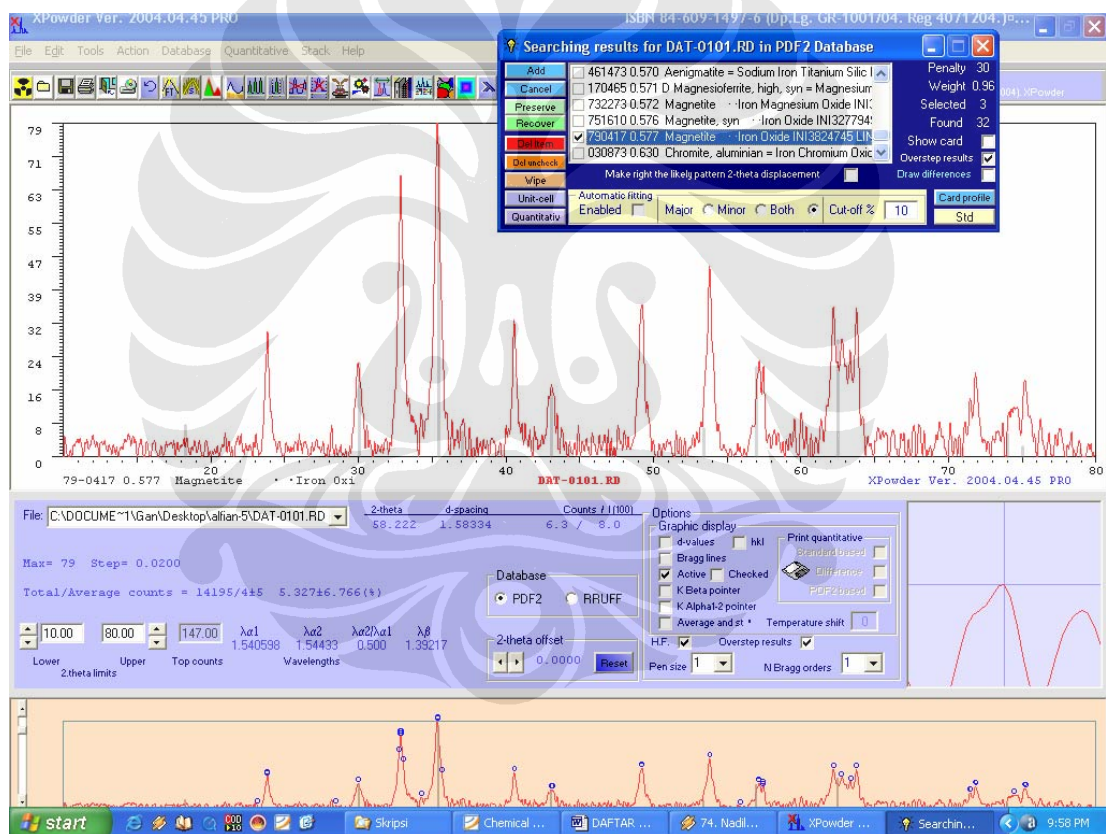


Gambar 3.10. Mesin XRF

Sedangkan untuk analisis XRD, sampel yang digunakan berupa serbuk sehingga tidak perlu dilakukan proses preparasi tambahan. Hasil yang didapat dari analisis kualitatif berupa jenis unsur-unsur dan senyawa yang terkandung didalam sampel, dari analisis ini dapat diketahui bentuk senyawa dari unsur yang terkandung dari sampel contoh Fe dalam  $Fe_2O_3$ .

Sampel bijih *limonite* hasil reduksi dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui jenis mineral yang terkandung didalam bijih setelah direduksi. Output yang dihasilkan dari mesin XRD berupa grafik yang terdiri dari susunan-susunan *peak*. Untuk mengetahui senyawa yang terdapat dalam bijih limonite. Grafik tersebut harus diolah terlebih dahulu menggunakan *software Xpolder*, untuk menentukan jenis mineral berdasarkan *peak* yang muncul dalam grafik.

Langkah pertama adalah membuka *file* grafik XRD yang didapat, karena pola *peak* yang muncul sangat kasar, maka untuk mempermudah pembacaan grafik dihaluskan terlebih dahulu dengan menekan fungsi *Fourier Smoothing*, langkah kedua adalah pilih fungsi *background smoothing* untuk meratakan *peak*. Ketiga, pilih *K-alpha 2 stripping*. Keempat, pilih unsur-unsur yang ingin kita cari keberadaan dengan memasukkannya kedalam *database option*. Kelima, klik tombol *search* untuk mulai mencari. Selanjutnya akan muncul *peak* perbandingan dan daftar senyawa-senyawa yang mungkin terdapat pada sampel. Selanjutnya pilih senyawa yang mempunyai *peak* yang berimpitan dan memiliki ketinggian yang sama, minimal terdapat 3 buah *peak* yang sama untuk memastikan bahwa *peak* yang muncul adalah senyawa yang dimaksud.



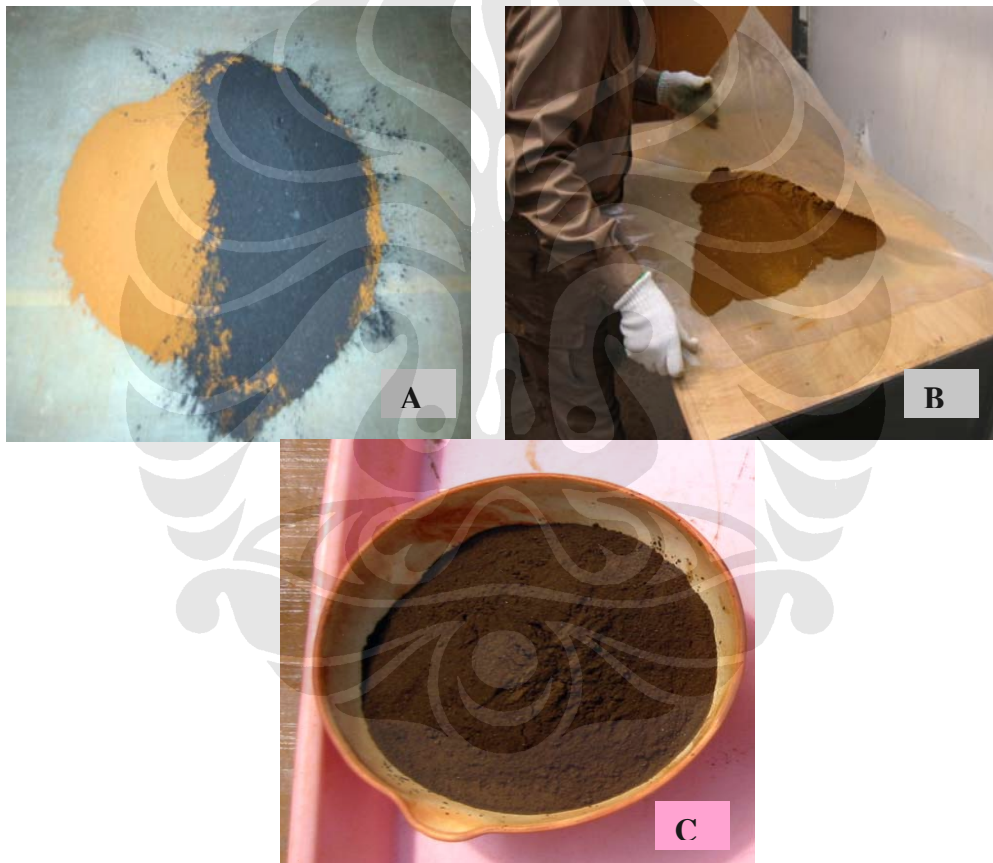
Gambar 3.11. Analisis grafik XRD menggunakan software XPowder

### 3.3.3 Reduksi *Roasting*

Reduksi *roasting* dilakukan pada bijih limonite dengan menggunakan reduktor karbon yang berasal dari briket sebanyak 20 %, proses reduksi dilakukan selama 90 menit pada temperatur 750°C.



Pertama sampel bijih *limonite* dan briket yang berukuran kurang dari 200 mesh dicampur dengan komposisi campuran 20 % briket dan 80% *limonite* dengan massa total sebesar 150 gram. Campuran tersebut kemudian dicampur (*mixing*) agar bijih *limonite* dan briket tercampur secara merata dan homogen. *Mixing* dilakukan dengan menggunakan alas plastik, caranya adalah setiap sisi plastik diangkat satu demi satu secara bergantian agar *limonite* dan briket tercampur, *mixing* dilakukan hingga *limonite* dan briket tercampur secara merata dan homogen. Sampel *limonite* berubah warnanya Sampel hasil *mixing* kemudian ditaruh didalam cawan persolen untuk selanjutnya dilakukan proses reduksi.



Gambar 3.12. *Mixing* bijih *limonite* dengan briket: (a) Campuran *limonite* dengan 20% briket sebelum *mixing*. (b) Proses *mixing* (c) Campuran *limonite* dengan briket setelah *mixing*

Pada proses reduksi *roasting*, sampel reduksi yang berada dalam cawan persolen diletakan didalam *electric furnace* dan dipanaskan pada suhu 750°C dalam tekanan atmosfer selama 90 menit. Pada proses ini, *furnace* membutuhkan

waktu sekitar 104 menit untuk mencapai suhu 750°C. Setelah sampel bijih *limonite* selesai direduksi, sampel langsung dikeluarkan dari *furnace* dan didinginkan dalam udara terbuka. Tujuan dari proses reduksi *roasting* adalah untuk mereduksi nikel oksida menjadi nikel metalik dan mereduksi *hematite* dan *geothite* menjadi *magnetite*. Pada reduksi *roasting* ini diharapkan besi oksida tidak tereduksi menjadi besi metalik.



Gambar 3.13. Reduksi *roasting*.

#### 3.3.4 Agitasi *Leaching* Amonium Bikarbonat

Sampel *limonite* yang tidak direduksi dan sampel *limonite* yang direduksi masing-masing *dileaching* menggunakan larutan amonium bikarbonat dalam *beaker glass* 1 liter dengan kondisi *leaching* yang sama, yaitu berat sampel yang *dileaching* ditentukan sebesar 1 gram dalam 500 ml amonium bikarbonat dengan waktu *leaching* selama 60 menit, dibantu dengan pengadukan dan *supply* oksigen yang berasal dari aerator. Konsentrasi larutan yang digunakan adalah 2 M, 1 M, 0.5 M, 0.2 M dan 0.1 M.

Detail dari proses *leaching* yang dilakukan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu:

1. Persiapan larutan *leaching* (*lixiviant* / *leachant*)

Konsentrasi (molar) larutan amonium bikarbonat ( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ ) yang digunakan pada proses *leaching* adalah 2 M, 1 M, 0.5 M, 0.2 M dan 0.1 M. Untuk membuat larutan amonium bikarbonat 1 M adalah dengan cara melarutkan 39.5 gram amonium bikarbonat serbuk dengan menggunakan aquades didalam *beaker*

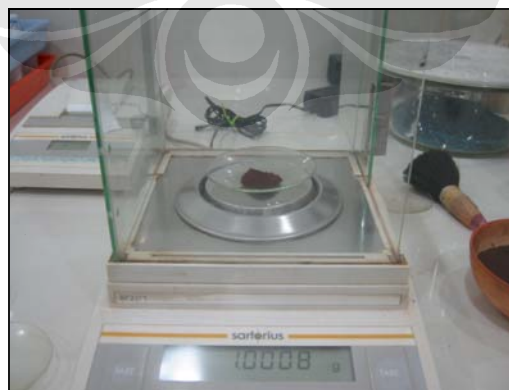
*glass* dan wadah 1 liter hingga volum larutan mencapai 500 ml Pembuatan konsentrasi *leachant* selanjutnya dihitung dengan cara yang sama (lihat lampiran). Setelah semua *leachant* telah siap, kemudian larutan tersebut dialiri oleh udara yang berasal dari aerator aquarium dan diasumsikan supply udara yang masuk pada setiap larutan adalah sama. Skema dari susunan proses *leaching* dapat dilihat pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14. Skema proses agitasi *leaching* dengan aerasi

## 2. Persiapan sampel *leaching*

Sampel bijih *limonite* yang akan *dileaching* ada dua jenis yaitu bijih *limonite* tanpa perlakuan awal (tanpa direduksi) dan bijih *limonite* yang direduksi. Kedua jenis sampel akan *dileaching* dengan kondisi yang sama. Berat sampel yang akan diumpankan kedalam 500 ml larutan *leachant* adalah sebesar 1 gram.



Gambar 3.15. Penimbangan sampel *leaching*

Penimbangan sampel dilakukan dengan menggunakan neraca analitik dan kaca arloji sebagai alas. Sampel untuk kedua jenis bijih *limonite* disiapkan masing-masing sebanyak enam buah.

### 3. Proses *leaching*

Empat buah sampel *leaching* dengan berat 1 gram kemudian dimasukan kedalam 500 ml larutan *leachant* amonium bikarbonat yang memiliki konsentrasi 1 M, 0.5 M, 0.2 M dan 0.1 M. Proses *leaching* dilakukan selama 60 menit dan dibantu dengan pengadukan secara manual. Banyaknya pengadukan untuk setiap larutan adalah tiga kali, dengan waktu 4 menit untuk setiap kali pengadukan. Setiap larutan *leachant* juga dialiri dengan udara yang berasal dari aerator aquarium dan diasumsikan supply udara yang masuk kedalam larutan sama. Proses *leaching* dapat dilihat pada Gambar 3.16.



Gambar 3.16. Proses agitasi *leaching*

### 4. Penyaringan atau filtrasi.

Larutan *leaching* kemudian disaring untuk memisahkan antara filtrat dengan residunya. Proses penyaringan dapat dilihat pada Gambar 3.17.



Gambar 3.17. Penyaringan larutan *leaching*

Filtrat hasil dari proses *leaching* biasa disebut dengan *pregnant leach solution*. Penyaringan dilakukan dengan menggunakan kertas saring 41. Pada akhir penyaringan, endapan yang tersisa pada kertas saring tidak dilakukan pembilasan atau dengan kata lain nikel yang mungkin masih berada dalam kertas saring dan endapan diabaikan.



Gambar 3.18. Filtrat

### 3.3.5 Analisis Filtrat

Filtrat kemudian dianalisis kandungan nikelnya dengan menggunakan mesin AAS (*Atomic Absorber Spectroscopy*). Sebelum digunakan mesin AAS harus distandarisasi dulu menggunakan standar yang sudah ditetapkan. Output dari mesin AAS ini berupa konsentrasi unsur nikel dalam satuan ppm (mg/l).



Gambar 3.19. Mesin AAS